

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-148239

(43)Date of publication of application : 22.05.2002

(51)Int.Cl.

G01N 27/62

G01N 27/64

(21)Application number : 2000-340564

(71)Applicant : LASER GIJUTSU SOGO KENKYUSHO

(22)Date of filing : 08.11.2000

(72)Inventor : NAKAJIMA NOBUAKI

IZAWA YASUKAZU

SAKABE SHUJI

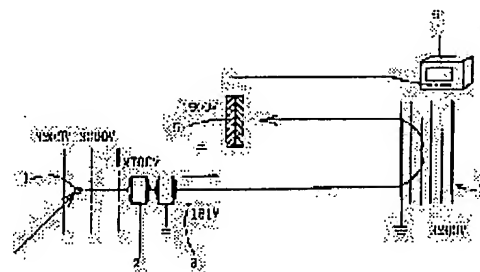
YATSUHASHI TOMOYUKI

(54) METHOD AND APPARATUS FOR MEASUREMENT OF CONCENTRATION OF HALOGENIDE MOLECULE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method and an apparatus wherein the time and a loss can be reduced and the concentration of a halogenide molecule can be measured easily and quickly by a method wherein an ultrashort pulsed laser beam is used, the halogenide molecule can be ionized irrespective of the kind of the halogenide molecule as a measuring object, the adjustment of the pulsed laser beam is not required according to the kind of the halogenide molecule and the halogenide molecule is set to a condition under which the measuring object can be gasified.

SOLUTION: The halogenide molecule 1 is irradiated with the ultrashort pulsed laser beam. Product ions derived from the halogenide molecule are generated by its irradiation. The parent ions are accelerated toward a first accelerating electrode 2 due to a potential difference applied to an entrance port. They are accelerated to their advance direction by the electrode 2, and an acceleration is applied to the parent ions in a direction perpendicular to the advance direction by a second accelerating electrode 3. An acceleration is applied to the parent ions in a direction opposite to the advance direction by a reflectron 4, and the ions collide with an MCP 5. Electrons are generated by their collision, and the electrons are observed by an oscilloscope 6. Their ionic strength is measured by using a mass spectrometer, and the concentration of the halogenide molecule is found on the basis of the ionic strength.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-148239

(P2002-148239A)

(43) 公開日 平成14年5月22日 (2002.5.22)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマコード* (参考)

G 0 1 N 27/62

G 0 1 N 27/62

V

K

U

B

27/64

27/64

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2000-340564 (P2000-340564)

(22) 出願日 平成12年11月8日 (2000.11.8)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成12年9月10日
光化学討論会発行の「2000年光化学討論会 講演要旨
集」に発表

(71) 出願人 591114803

財団法人レーザー技術総合研究所

大阪府大阪市西区靱本町1丁目8番4号

大阪科学技術センタービル内

(72) 発明者 中島 信昭

吹田市千里山竹園2-20-502

(72) 発明者 井澤 靖和

茨木市橋の内2-8-417

(72) 発明者 阪部 周二

大阪府豊能郡豊能町希望ヶ丘6-19-17

(72) 発明者 八ツ橋 知幸

大阪市住吉区菟田8-6-21-401

(74) 代理人 100074206

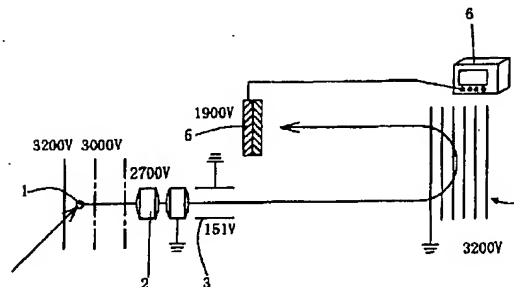
弁理士 鎌田 文二 (外2名)

(54) 【発明の名称】 ハロゲン化分子の濃度の測定方法及び測定装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 容易にかつ迅速にハロゲン化分子の濃度を測定することを目的とする。

【解決手段】 超短パルスレーザー光をハロゲン化分子1に照射し、この照射によって生成されるハロゲン化分子由来の生成物イオン。この親イオンは、入口部にかけられている電位差により、第1加速電極2に向かって加速される。そして、第1加速電極2によって進行方向に加速され、第2加速電極3によって進行方向と直角方向に加速度が加えられる。ついで、リフレクトロン4で進行方向と逆方向に加速度が加えられ、MCP 5に衝突する。この衝突によって電子が発生し、この電子をオシロスコープ6で観測する。このように質量分析装置を用いて、そのイオン強度を測定し、このイオン強度から前記ハロゲン化分子の濃度を求める。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 超短パルスレーザー光をハロゲン化分子に照射し、この照射によって生成されるハロゲン化分子由来の生成物イオンを質量分析装置を用いて、そのイオン強度を測定し、このイオン強度から前記ハロゲン化分子の濃度を求めるハロゲン化分子の濃度の測定方法。

【請求項2】 前記超短パルスレーザー光の集光強度は $10^{11} \sim 10^{16} \text{ W cm}^{-2}$ であり、パルス幅は、 $1 \sim 1000 \text{ fs}$ である請求項1に記載のハロゲン化分子の濃度の測定方法。

【請求項3】 上記質量分析装置は飛行時間型質量分析装置である請求項1又は2に記載のハロゲン化分子の濃度の測定方法。

【請求項4】 超短パルスレーザー光を発するレーザー装置、及び質量分析装置を有するハロゲン化分子の濃度の測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、ハロゲン化分子の濃度を測定する方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、ダイオキシン類に代表されるハロゲン化分子の微量成分分析方法としては、抽出分離法、共鳴多光子イオン化法、レーザー誘起蛍光法等が知られている。

【0003】上記抽出分離法とは、対象サンプルをサンプリングしてソックスレー法で抽出し、次いで、濃硫酸で処理し、カラムを用いて分離し、ガスクロマトグラフィ・質量分析器で分析する方法である。また、共鳴多光子イオン化法、レーザー誘起蛍光法は、対象サンプルに特定波長の光を当て、電子を励起させてイオン化させたり、蛍光を発生させたりして、測定する方法である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の抽出分離法は、時間及びコストがかかるという問題点がある。また、上記共鳴多光子イオン化法、レーザー誘起蛍光法は、測定対象物にあわせて特定波長の光をあてる必要があり、サンプル中に複数の測定対象物が含有されている場合には、種類毎に測定を行う必要がある。さらに、多置換ハロゲン化分子では、感度が著しく低下する問題点を有する。

【0005】そこで、この発明は、容易にかつ迅速にハロゲン化分子の濃度を測定することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】この発明は、超短パルスレーザー光をハロゲン化分子に照射し、この照射によって生成されるハロゲン化分子由来の生成物イオンを質量分析装置を用いて、そのイオン強度を測定し、このイオン強度から前記ハロゲン化分子の濃度を求めることにより、上記の課題を解決したのである。

【0007】超短パルスレーザー光を用いるので、測定対象物であるハロゲン化分子の種類にかかわらず、このハロゲン化分子をイオン化させることができ、ハロゲン化分子の種類によってパルスレーザー光を調整する必要がなくなる。また、測定サンプルをガス化できる条件にすれば、分析にかけることができるので、時間及びコストを削減できる。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施形態を説明する。

【0009】この発明にかかるハロゲン化分子の濃度の測定方法は、超短パルスレーザー光をハロゲン化分子に照射し、この照射によって生成されるハロゲン化分子由来の生成物イオンを質量分析装置を用いて、そのイオン強度を測定し、このイオン強度から前記ハロゲン化分子の濃度を求める方法である。

【0010】上記ハロゲン化分子とは、測定対象物質であるハロゲン置換物質をいう。上記ハロゲン置換物質は、特に限定されないが、従来のレーザー法では測定困難な多ハロゲン置換の芳香族により好適に使用できる。また、置換されるハロゲンの数は、特に限定されない。

【0011】このハロゲン化分子の例としては、2, 3, 7, 8-テトラクロロジベンゾパラジオキサン、1, 2, 3, 7, 8-ペンタクロロジベンゾパラジオキサン、2, 3, 7, 8-テトラクロロジベンゾパラフラン、PCB、ペンタクロロベンゼン等があげられる。

【0012】上記超短パルスレーザー光とは、集光強度が $10^{11} \sim 10^{16} \text{ W cm}^{-2}$ 、パルス幅が $1 \sim 1000 \text{ fs}$ のレーザー光をいう。また、レーザー光の波長としては、特に限定されないが、 $350 \sim 2500 \text{ nm}$ （近赤外線）を使用するのが好ましい。このようなレーザー光を用いることにより、照射対象物質であるハロゲン化分子を、分子破壊を最小限にとどめて、イオン化させることができる。すなわち、照射対象物質の親イオンを得ることができる。

【0013】このレーザー光の集光光度やパルス幅は、上記ハロゲン化分子によって最適な値はあるが、厳密な値は要求されない。このため、上記ハロゲン化分子毎の微妙な調整は不要となり、同時に複数のハロゲン化分子をイオン化させることも可能である。

【0014】上記の超短パルスレーザー光としては、コンティニウム社（米）やBMI社（仏）等が販売している高出力フェムト秒チタンサファイアレーザー（最大出力 0.1 J/pulse 、パルス幅 100 fs 、中心波長 800 nm 、 10 Hz ）等によって得ることができる。

【0015】上記質量分析装置とは、上記ハロゲン化分子由来の生成物イオンを質量対電荷比（ m/z ）に従って分離する装置をいう。このような質量分析装置の例としては、取扱いが簡便となる飛行時間型質量分析装置等

があげられる。

【0016】このとき、質量分析装置で分離した生成物イオンをマイクロチャンネルプレート（以下、「MCP」と略する。）に衝突させ、電子を発生させる。この発生させた電子をオシロスコープ等で測定することにより、生成物イオンのイオン強度を測定することができる。この測定によって、ハロゲン化分子の濃度を求めることができる。

【0017】上記の測定方法は、例えば、超短パルスレーザー光を発するレーザー装置、及び飛行時間型質量分析装置を有するハロゲン化分子の濃度の測定装置を用いて行うことができる。次に、この測定方法を実施例を用いてより詳細に説明する。

【0018】

【実施例】試料分子1として、ベンタクロロベンゼンを用いて実験した。

【0019】まず、使用した飛行時間型質量分析装置の各条件を図1に示す。これの入口部にベンタクロロベンゼンの常温での蒸気を導入する。そして、コンティニウム社（米）の高出力フェムト秒チタンサファイアレーザー（最大出力0.1J/pulse、パルス幅100fs、中心波長800nm、10Hz）を用い（図示せず）、集光強度 $1.9 \times 10^{11} \text{ W cm}^{-2}$ 、パルス幅100fsの超短レーザー光を上記ベンタクロロベンゼンの蒸気に照射した。これにより、ベンタクロロベンゼンの親イオン（一価の陽イオン）を生成させた。この親イオンは、入口部にかけられている電位差により、第1加速電極2に向かって加速される。そして、第1加速電極2によって進行方向に加速され、第2加速電極3によって進行方向と直角方向に加速度が加えられる。ついで、リフレクトロン4で進行方向と逆方向に加速度が加えられ、MCP5に衝突する。この衝突によって電子が発生し、この電子をオシロスコープ6で観測する。この観測結果を図2及び図3に示す。

【0020】この図2は、質量対電荷比（ m/z ）とイオン強度との関係を表したグラフである。また、図3は、図2の生成物イオンのピークを示したものであり、これから、この生成物イオンは、 $(\text{C}_6\text{HCl})^+$ で

あることがわかる。

【0021】また、図3には、複数のグラフが表されているが、これは、超短レーザー光の集光強度を $1.3 \times 10^{11} \text{ W cm}^{-2}$ 、 $6.3 \times 10^{11} \text{ W cm}^{-2}$ に変えて照射した場合の、生成物イオンを示したものである。この超短レーザー光の集光強度と、 $(\text{C}_6\text{HCl})^+$ を示す親ピーク（ $54 \mu\text{s}$ ）のイオン強度の関係は、図4に示すように、途中で折れ曲がった直線の関係を示す。これより、超短レーザー光の集光強度の強度を一定にすると、イオン強度を測定することにより、測定に供与したベンタクロロベンゼン蒸気の濃度を算出することができる。

【0022】

【発明の効果】この発明によれば、超短パルスレーザー光を用いるので、測定対象物であるハロゲン化分子の種類にかかわらず、このハロゲン化分子をイオン化させることができ、ハロゲン化分子の種類によってパルスレーザー光を調整する必要がなくなる。

【0023】また、測定サンプルをガス化できる条件にすれば、分析にかけることができるので、時間及びコストを削減できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明で使用する飛行時間型質量分析装置の条件を示す模式図

【図2】実施例における質量対電荷比（ m/z ）とイオン強度との関係を表したグラフ

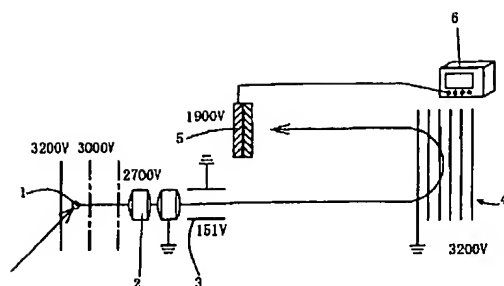
【図3】各レーザー強度における生成物イオンを示すピーク

【図4】この超短レーザー光の集光強度と、 $(\text{C}_6\text{HCl})^+$ を示す親ピーク（ $54 \mu\text{s}$ ）の量の関係を示すグラフ

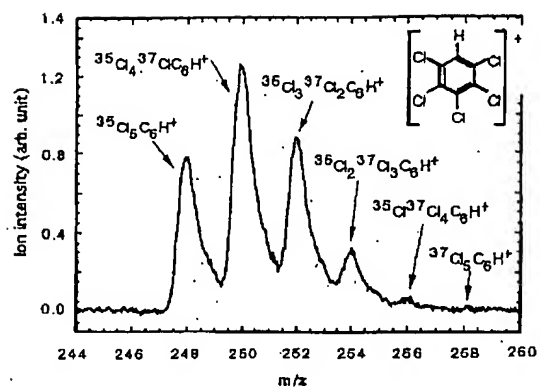
【符号の説明】

- 1 試料分子
- 2 第1加速装置
- 3 第2加速装置
- 4 リフレクトロン
- 5 MCP
- 6 オシロスコープ

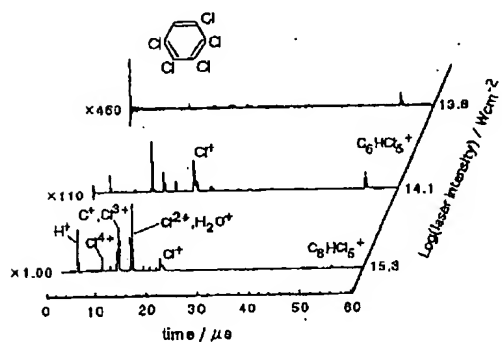
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

